# FORMATION OF INSOLUBLE COATING

Publication number:	JP2000106363 (A)		Also published as:
Publication date:	2000-04-11	Ā	US5906859 (A)
Inventor(s):	BREMMER JEFFREY NICHOLAS; LIU YOUFAN		TW442546 (B)
Applicant(s):	DOW CORNING		SG72968 (A1)
Classification:			KR20000011599 (A)
- international:	B05D3/02; C08L83/05; C09D1/00; C09D183/00; H01L21/312; H01L21/316; B05D3/02; C08L83/00; C09D1/00; C09D183/00; H01L21/02; (IPC1-7): H01L21/312; C08L83/05; C09D1/00; C09D183/00; H01L21/316	园	EP0971400 (A2)
- European:	B05D3/02H; H01L21/312B2B		
Application number:	JP19990195448 19990709		
Priority number(s):	US19980113347 19980710		

# Abstract of JP 2000106363 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To realize a method for forming an insoluble coating having low permittivity and excellent mechanical characteristics. SOLUTION: The method for forming an insoluble coating on a basic material comprises step (A) for forming a soluble hydrogen silsesquioxane resin coating on a basic material by coating it with a coating composition containing hydrogen silsesquioxane resin, step (B) for heating the hydrogen silsesquioxane resin coating at 325 to 350 deg.C for 15 min to 1 hour, and step (C) for heating the coating at 400 to 450 deg.C in an inert environment for a time sufficient for producing an insoluble ceramic-like coating having standardized SiH bonding ensity of 50 to 80%.

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

## (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-106363 (P2000-106363A)

(43)公開日 平成12年4月11日(2000.4.11)

(51) Int.Cl.7	識別記号	FI	テーマコード(参考)		
H01L 21/312	MAC 3	H01L 21/312	C		
CO8L 83/05		C 0 8 L 83/05	-		
C 0 9 D 1/00		C 0 9 D 1/00			
183/00		183/00			
H01L 21/316	H01L 21/316 G				
		審查請求 未請求 請	情求項の数9 OL (全 6 頁)		
(21)出願番号	特願平11-195448	(71)出願人 590001418			
		タウ・コ-	-ニング・コーポレーション		
(22)出顧日	平成11年7月9日(1999.7.9)	DOM C	CORNING CORPORA		
		TION			
(31)優先権主張番号	09/113347	アメリカ台	合衆国ミシガン州ミッドランド		
(32)優先日	平成10年7月10日(1998.7.10)	(番地なし	<i>。</i> )		
(33)優先権主張国	米国 (US)	(72)発明者 ジェフリー	- ニコラス プレマー		
		アメリカ合	<b>3衆国,ミシガン 48640,ミッ</b>		
		ドランド、	スタージョン クリーク パー		
		クウェイ	5709		
		(74)代理人 100077517			
		<b>弁理士 そ</b>	苗田 敬 (外4名)		
			最終頁に続く		

## (54) 【発明の名称】 不溶性コーティングの形成方法

## (57)【要約】

【課題】 低い誘電率及び優れた機械的特性を有する不 溶性コーティングを形成する方法を提供すること。

【解決手段】 (A) ハイドロジェンシルセスキオキサン樹脂を含むコーティング組成物で基材をコーティング して基材上に可容性ハイドロジェンシルセスキオキサン 樹脂コーティングを形成すること; (B) まず、前記ハイドロジェンシルセスキオキサン樹脂コーティングを325℃~350℃の温度で15分間~1時間の時間加熱すること; (C) その後、50~80%の規格化されたSiH結合密度を有する不容性セラミック状コーティングが生成するのに十分な時間不活性環境中で400℃~450℃の温度で前記コーティングを加熱すること;を含む基材上に不容性コーティングを形成する方法。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ハイドロジェンシルセスキオキサ ン樹脂を含むコーティング組成物で基材をコーティング して基材上に可溶性ハイドロジェンシルセスキオキサン 樹脂コーティングを形成すること;

(B) まず、前記ハイドロジェンシルセスキオキサン樹 脂コーティングを325℃~350℃の温度で15分間 ~ 1 時間加熱すること;

(C) その後、50~80%の規格化されたSiH結合 のに十分な時間不活性環境中で400℃~450℃の温 度で前記コーティングを加熱すること;を含む基材上に 不溶性コーティングを形成する方法。

【請求項2】 前記コーティング組成物がさらに溶剤を 含み、その溶剤を蒸発させて基材上にハイドロジェンシ ルセスキオキサン樹脂コーティングを形成する請求項1 記載の方法。

【請求項3】 前記ハイドロジェンシルセスキオキサン 樹脂が式: HSi (OH) x (OR) y Oz/2 (式中、 各Rは独立に、酸素原子を介してケイ素に結合している 20 ち0.13~0.18ミクロンの)デバイス構造物に対 場合には加水分解可能な置換基を形成している有機基又 は置換有機基であり、xは0~2、yは0~2、zは1 ~3、x+y+zは3である)により表される単位を有 する樹脂である請求項1記載の方法。

【請求項4】 前記ハイドロジェンシルセスキオキサン 樹脂が式: (HSiO3/2) n (式中、nは少なくとも 8の値である)により表される樹脂である請求項1記載

【請求項5】 基材がスピンコーティングによりコーテ ィングされる請求項1記載の方法。

【請求項6】 前記コーティング組成物がそのコーティ ング組成物の重量を基準にして20~99. 9重量%の 溶剤を含む請求項2記載の方法。

【請求項7】 溶剤が、アルコール、芳香族炭化水素、 アルカン、ケトン、エステル、グリコールエーテル及び ジメチルポリシロキサンからなる群から選ばれる請求項 2記載の方法。

【請求項8】 基材が電子基板である請求項1記載の方 法。

規格化されたSiH結合密度及び2.7~2.9の誘電 率を有する不溶性セラミック状コーティングが生じるの に十分な時間不活性環境中で425℃~450℃の温度 で行われる請求項1記載の方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ハイドロジェンシ ルセスキオキサン樹脂(H樹脂)から低誘電性コーティ ングを製造する方法に関する。この方法は、H樹脂のコ ーティングを基材上に適用し、続いて、前記コーティン 50 ℃~450℃の温度で加熱することによりH樹脂を硬化

グをまず325℃~350℃の温度で15分間~1時間 加熱し、その後に、規格化されたSiH結合密度が50 ~80%になるまで400℃~450℃の温度で加熱す ることにより前記コーティングを硬化させることを含 む。この硬化プロセスによって、驚くべきことに、低い 誘電率及び優れた機械的特性を有する膜が製造される。

#### [0002]

【従来の技術】電子基板上にセラミック又はセラミック 状コーティングを製造するためにH樹脂を使用すること 密度を有する不溶性セラミック状コーティングが生じる 10 は当該技術分野で周知である。H樹脂を硬化させてそれ らのコーティングを製造するための方法が多数開発され てきた。周知の熱加工及び硬化条件(すなわち、3つの シリアルホットプレートの各々で1分間保持し、続いて 窒素雰囲気で満たされた炉内で1時間保持する)では、 2. 9~3. 0の誘電率が通常達成される。

#### [0003]

【発明が解決しようとする課題】 2. 9~3. 0の誘電 率を有するコーティングは0.25ミクロン以上の電子 デバイスに適する。しかしながら、より小さな(すなわ してはかなり低い誘電率 (Dk) を有するコーティング が必要である。H樹脂を硬化させて、コーティングの形 態にあるより低い誘電率を有するものを製造する方法が 幾つか提案されている。しかしながら、それらの方法は 往々にして、低Dkコーティングを製造するのに困難で 費用のかかる加工を必要とする。例えば、米国特許第 5, 441, 765号明細書には、H樹脂からのコーテ ィングの製造方法であって、硬化したコーティングのD kが2.8~4.5方法が開示されている。その明細書 30 に開示されている特許発明に係る方法は、H樹脂をデバ イス上に適用し、そのコーティングされたデバイスをS i-O含有セラミックコーティングが生成するのに十分 な時間加熱し、その後、Si-O含有セラミックコーテ ィングを水素ガスを含むアニーリング雰囲気に暴露する ことを含む。

【0004】米国特許第5,547,703号明細書に も、低Dkコーティングの製造方法が教示されている。 その方法は、H樹脂を電子基板上に適用すること;アン モニア及び湿気中で加熱すること; その後、無水アンモ 【請求項9】 工程(C)での加熱が、50~70%の 40 ニア中で加熱すること;最後に酸素中で加熱してコーテ ィングをアニールすることを含む。前記方法により製造 されるコーティングのDkは2. 42~4. 92の間で あると報告されている。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】我々は、意外にも、H樹 脂の熱加工によって、誘電率が2.7~2.9のコーテ ィングが生じることを見いだした。この熱加工は、32 5℃~350℃の温度でまず加熱し、その後に、規格化 されたSiH結合密度が50~80%になるまで400

3

させることを含む。

【0006】本発明の目的は、H樹脂を硬化させて誘電 率が2.7~2.9であるコーティングを製造する方法 を提供することである。

【0007】本発明は、H樹脂から誘電率が2.7~ 2. 9である不溶性セラミック状コーティングを製造す る方法に関する。この方法は、H樹脂を基材上に適用 し、基材上の前記H樹脂をまず325℃~350℃の温 度で15分間~1時間加熱し、規格化されたSiH結合 密度が50~80%になるまで400℃~450℃の温 10 度でさらに加熱することを含む。結果として得られるコ ーティングは、2.9以下、好ましくは2.7~2.9 の誘電率を有する。コーティングは、半導体デバイス上 の中間層絶縁コーティングとして有用である。

#### [0008]

【発明の実施の形態】本発明において有用なH樹脂に は、式: HSi (OH) x (OR) y Oz/2 (式中、各 Rは独立に、酸素を解してケイ素に結合している場合に は加水分解可能な置換基を形成している有機基又は置換 有機基であり、xは0~2、yは0~2、zは1~3、 x+y+zは3である)により表される単位を含むヒド リドシロキサン樹脂が包含される。Rの例には、メチ ル、エチル、プロピル、ブチル等のようなアルキル;フ ェニルのようなアリール;並びにアリル又はビニルのよ うなアルケニルが包含される。これらの樹脂は実質的に 完全に縮合した (HSiO3/2) n (式中、nは8以上 の値である) であっても、ほんの一部加水分解したもの (すなわち、幾つかのSi-ORを含むもの)及び/又 は部分的に縮合したもの(すなわち、幾つかのSi-O Hを含むもの)であってよい。

【0009】樹脂の構造に特に制限はない。 H樹脂の構 造は、概して、はしご型として知られているもの、かご 型として知られているもの、又はこれらの混合物であっ てもよい。樹脂はヒドロキシル基、トリオルガノシロキ シ基、ジオルガノハイドロジェンシロキシ基、トリアル コキシ基、ジアルコキシ基等のような末端基を含んでよ い。その構造式により表されるわけではないが、樹脂 は、0又は2個の水素原子が結合している少数(例え ば、10%未満)のケイ素原子及び/又は少数のSiС 基、例えばCH3 SiO3/2 又はHCH3 SiO2/2 を 40 含んでもよい。

【0010】上記H樹脂及びそれらの製造方法は当該技 術分野で周知である。例えば、米国特許第3,615, 272号明細書には、ベンゼンスルホン酸水和物加水分 解媒体中でトリクロロシランを加水分解し、次に、得ら れた樹脂を水又は硫酸水溶液で洗浄することを含む方法 による実質的に完全に縮合したH樹脂(100~300 ppmまでのシラノールを含みうる)の製造が教示され ている。同様に、米国特許第5,010,159号明細

ドリドシランを加水分解して樹脂を形成し、次のその樹 脂を中和剤に接触させることを含む方法が教示されてい る。

【0011】他のヒドリドシロキサン樹脂、例えば、米 国特許第4,999,397号明細書に記載されている ようなもの;米国特許第5,210,160号明細書に 記載されているようなもの、アルコキシシラン又はアシ ルオキシシランを酸性アルコール系加水分解媒体中で加 水分解することにより生成するもの;特開昭59-17 8749号公報、特開昭60-86017号公報;及び 特開昭63-107122号公報に記載されているよう なもの:又は他の等価なヒドリドシロキサンも本発明に おいて同様に作用する。

【0012】本発明の好ましい態様において、上記H樹 脂の特定の分子量画分を本発明の方法に使用することも できる。そのような画分及びそれらの調製方法は米国特 許第5,063,267号及び第5,416,190号 明細書に教示されている。好ましい画分はポリマー化学 種の少なくとも75%が1200を超える分子量を有す るものからなり、より好ましい画分はポリマー化学種の 少なくとも75%が1200~100,0000間の数 平均分子量を有するものからなる。

【0013】H樹脂は、コーティングの団結性に悪影響 を及ぼすこともコーティングの誘電率を増加させること もない限り、他の成分を含んでもよい。周知の添加剤に は、米国特許第4,822,697号明細書に記載され ているようなH触媒の硬化速度及び/又は硬化度を増加 させる白金、ロジウム又は銅触媒のような触媒が包含さ れる。

【0014】前記H樹脂と組み合わせてセラミック酸化 30 物前駆体を使用してもよい。本発明において有用なセラ ミック酸化物前駆体には、溶液に溶解され、加水分解さ れ、その後に比較的低温で熱分解してセラミック酸化物 を形成することができる、アルミニウム、チタン、ジル コニウム、タンタル、ニオブ及び/又はバナジウムのよ うな種々の金属の化合物並びにホウ素若しくはリンの化 合物のような種々の非金属化合物が包含される。本発明 において有用なセラミック酸化物前駆体は米国特許第 4,808,653号、第5,008,320号及び第 5, 290, 394号明細書に記載されている。

【OO15】H樹脂は典型的には溶剤分散体として基材 に適用される。使用することができる溶剤には、H樹脂 を溶解し、結果として得られるコーティングに影響を及 ぼさずに均質液体混合物を形成する任意の物質又はそれ らの混合物が包含される。これらの溶剤には、エチルア ルコール又はイソプロピルアルコールのようなアルコー ル;ベンゼン又はトルエンのような芳香族炭化水素; n ーヘプタン、ドデカン又はノナンのようなアルカン;メ チルイソブチルケトンのようなケトン ; エステル ; グリ 書には、アリールスルホン酸水和物加水分解媒体中でヒ 50 コールエーテル;又は線状ジメチルポリシロキサン(例

えば、ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルジシロ キサン及びこれらの混合物)及び環状ジメチルポリシロ キサンが包含される。溶剤は、適用に望ましい濃度にH 樹脂を溶解させるのに十分な量で存在する。典型的に は、溶剤は、H樹脂と溶剤の合計量を基準にして20~ 99. 9重量%、好ましくは70~95重量%の量で存 在する。

【0016】H樹脂を基材に適用するための特定の方法 には、限定するわけではないが、スピンコーティング、 浸漬コーティング、スプレーコーティング、フローコー ティング、スクリーン印刷等が包含される。好ましい適 用方法はスピンコーティングである。溶剤が使用される 場合には、コーティングされた基材から溶剤を蒸発させ て基材上にH樹脂膜を付着させる。周囲環境への暴露に よる単純な自然乾燥、真空の適用又は穏やかな加熱(< 50℃)、又は硬化プロセスの初期段階中の蒸発のよう な任意の適切な蒸発手段を用いることができる。スピン コーティングが用いられる場合には、回転によって溶剤 が除去されるため、追加の乾燥方法は最低限に抑えられ

【0017】基材への適用に続き、H樹脂膜を、まず3 25℃~350℃の温度で加熱し、その後に400℃~ 450℃の温度で加熱することにより硬化させ、規格化 されたSiH結合密度が50~80%、好ましくは50 ~70%である不溶性セラミック状コーティングにす る。「規格化されたSiH結合密度」とは、任意の溶剤 の除去後ではあるが加熱して硬化させる前の基材上の未 だ硬化していないH樹脂膜中のSiHを基準にした不溶 性セラミック状コーティング中のSiHの量を意味す る。「不溶性セラミック状コーティング」とは、基材上 30 にH樹脂を付着させる際に使用する溶剤又はH樹脂の適 用に有用なものであるとして先に述べた通りの任意の溶 剤に実質的に可溶性でないコーティングを意味する。不 溶性セラミック状コーティングは、アモルファスシリカ (SiO<sub>2</sub>)物質、並びに炭素、シラノール (SiO H) 及び/又は水素を完全に含まないわけではないアモ ルファスシリカ状物質を含む。

【0018】H樹脂は、まず、硬化環境を安定化させる のに十分で且つその環境を不活性なものにするのに十分 な時間、325 $^{\circ}$  $^{\circ}$  $^{\circ}$ 0  $^{\circ}$ 0 の温度で加熱される。40 40 オプティカルデバイス、トランジスター様デバイス、30~450℃温度までのランピングの間及び400~4 50℃の温度での加熱の間に10ppmを超えるレベル の酸素が存在すると、酸化及び不溶性セラミック状コー ティング中の極性基の形成が起こり、その結果として高 い誘電率がもたらされる。樹脂の若干の網状構造化がこ の最初の加熱相の間に起こるが、望ましい誘電率及び機 械的特性を備えた不溶性セラミック状コーティングを製 造するには不十分である。好ましくは、ハイドロジェン シルセスキオキサンコーティングは15分間~1時間、 325℃~350℃の温度で加熱される。必要な時間

は、H樹脂膜を加熱することに用いられる手段に依存す るであろう。

【0019】325℃~350℃の温度で加熱後、温度 を400℃~450℃、好ましくは425℃~450℃ までランピングする。H樹脂は、SiH結合密度が50 ~80%である不溶性セラミック状膜が生じるのに十分 な時間、典型的には15分間~1時間その温度に保たれ る。不溶性セラミック状コーティング中のSiHの量が 多いと、不適切な機械的特性を有する膜が生じる。熱対 流炉、急速熱加工、ホットプレート又は輻射の使用のよ うな任意の加熱方法を本発明において使用することがで きる。熱対流炉の使用が好ましい。

【0020】H樹脂でコーティングされた基材が325 ℃~350℃で加熱される環境は、窒素、アルゴン、へ リウムのような任意の環境、又は空気、過酸化物及びオ ゾンのような酸素を含む環境のような環境であることが できる。しかしながら、不活性環境は、400℃~45 0℃までのランピング前に確立されねばならない。「不 活性環境」とは、10ppm未満の酸素を含む環境を意 20 味する。

【0021】不溶性セラミック状コーティング中のSi Hのより少ない量は、典型的にはデバイスにおけるコー ティングの高い機械的特性及び高い団結性に関係があ る。しかしながら、SiHを望ましい範囲に減少させる のに必要な条件(すなわち、高い加熱温度)は、コーテ ィングの誘電特性を強める。本発明の方法の2段階加熱 によって、高い機械的特性と低い誘電率の両方が得られ る。本発明に方法により製造される不溶性コーティング は2. 9以下、好ましくは2. 7~2. 9のDkを有す る。

【0022】上記方法によって、基材上に薄い(2.5

μm未満の) 不溶性セラミック状コーティングが製造さ れる。好ましくは、コーティングは $0.5 \sim 1.2 \mu m$ の厚さを有する。このコーティングは、種々の基材の不 整表面を滑らかにするものであって、密着性に優れる。 【0023】本発明の方法により製造される不溶性セラ ミック状コーティングは電子基板に特に有用である。 「電子基板」とは、フォーカルプレーンアレイ、光電子 デバイス (opto-electronic device) 、光起電力セル、 Dデバイス、絶縁体上シリコン型デバイス (silicon-on -insulator devices) 及び超格子デバイス (super latt ice device) を包含する半導体部品の生産に使用するこ とを意図したシリコン系デバイス及びガリウムーヒ素系

【0024】電子基板はむきだしであっても(すなわ ち、パッシベーションなし)、1次パッシベーションを 有していても、むきだしであっても1層以上のライナー 層で被覆されていてもよい1層以上の金属被覆層を含ん 50 でいても良い。そのような1次パッシベーション及びラ

デバイスを包含する。

イナーは、シリカ、窒化ケイ素、炭化ケイ素、オキシ窒 化ケイ素、オキシ炭化ケイ素、P2 O5 - SiO2 系ガ ラス (PSG)、B2 O3 -P2 O5 -SiO2 系ガラ ス (BPSG) 等のようなセラミックコーティングであ ることができる。1次パッシベーション及びライナー並 びにそれらの作製方法は当該技術分野で周知である。本 発明により製造されるコーティングは、任意の金属被覆 の適用前にウェハーに適用されてよい。コーティングは 中間絶縁層として金属被覆上に適用されるか又は最上層 のパッシベーションコーティングとして適用され、デバ 10 イスの形成が完了する。

【0025】所望であれば、不溶性コーティング上に追 加のコーティングを適用してよい。追加のコーティング には、例えば、アモルファスSiC:H、ダイアモン ド、窒化ケイ素の堆積(すなわち、CVD、PECVD 等)により形成されるSi2 Oコーティング、ケイ素含 有コーティング、ケイ素と炭素を含有するコーティン グ、ケイ素と窒素を含有するコーティング、ケイ素と酸 素と窒素を含有するコーティング、ケイ素と窒素と炭素 を含有するコーティング及び/又はダイアモンド様コー ティングが包含されうる。そのようなコーティングの適 用方法は当該技術分野で周知である。

【0026】追加のコーティングの適用方法は厳密では なく、そのようなコーティングは典型的には、熱化学気 相成長 (thermal chemical vapor deposition ; TCV D)、光化学気相成長、プラズマ促進型化学気相成長 (plasma enhanced chemical vapor deposition; PE CVD)、電子サイクロトロン共鳴(ECR)及びジェ ット気相成長 (jet vapor deposition) のような化学気 相成長技術により適用される。スパッタリング又は電子 30 れぞれ1分間、3つの窒素パージされた開口式ホットプ ビーム蒸発のような物理的気相成長技術によっても追加 のコーティングを適用できる。これらの方法は、熱又は プラズマの形態にあるエネルギーを気化した化学種に加 えて望ましい反応を引き起こすか又は材料の固体試料に エネルギーを集中させて材料の堆積を引き起こすことを 伴う。

【0027】本明細書に教示した本発明を当業者が理解 し、本発明の価値を十分に認めることができるように以 下の実施例を示す。

#### [0028]

【実施例】金属ー絶縁体ー半導体(MIS)コンデンサ ーに対して誘電率測定を実施することによって転化され たコーティングの誘電率を求めた。MISコンデンサー は、不溶性コーティングの薄膜でコーティングされた低 抵抗率 ( $\rho \leq 0$ . 025 $\Omega$ cm) シリコンウェハー上に 約0. 15 μ mのアルミニウム電極を堆積させることに より形成した。シャドウマスクを使用して直径が3~1

0mmのアルミニウム電極ドットを形成した。Hewlett-Packard (登録商標) 4194A インピーダンスアナライザ ーを使用してO. 1~1000kHzの周波数範囲にわ たって同じ直径の電極ドット間のインピーダンス測定を 行った。インピーダンスデータを直列RLCモデルにフ イッティングさせることにより等価な並列キャパシタン ス及び誘電率を計算した。インピーダンスを表面ドット 電極間で特性化したため、誘電率の算出に2倍の誘電体 厚を用いた。

【0029】硬化後の残留SiH含有量(%)をFTI Rにより求めた。このFTIR法では、Nicolet (登録 商標) 5SXBフーリエ変換赤外分光分析計を使用した。透 過サンプリング操作モードを用いた。コーティング組成 物によるウェハーのスピンコーティングの前に、剥き出 しのシリコンウェハーに対してバックグラウンドスペク トルを集めた。不溶性膜を有するウェハーのスペクトル からバックグラウンドを差し引いて不溶性膜のみのスペ クトルを得た。波数2260cm<sup>-1</sup>に位置するピーク は、転化された膜中のSiH結合密度を示すものであ る。膜厚当たりのスパンピーク面積に対する膜厚当たり 20 のこのピーク面積の比を定量化し、規格化されたSiH 結合密度を求めた。

#### 例 1

(5)

米国特許第3,615,272号明細書の記載に従って 調製されたH樹脂 (HSiO3/2) n を22重量%の濃 度でメチルイソブチルケトン中に含むコーティング組成 物をSEMIX (登録商標) 6132U スピンコーターにより2 枚の試料ウェハーに約5000Åの硬化前厚さにコーテ ィングし、続いて150℃、200℃及び350℃でそ レートにより逐次ベーキングを行った。次にウェハーを 石英環状炉内で窒素雰囲気中で350℃に加熱した。ウ ェハーを350℃に30分間保ち、次に窒素雰囲気中で 450°Cにさらに加熱した。ウェハーを450°Cに30 分間保ち、次に窒素中で室温に冷却した。第1のウェハ ーのDkは2.81であった。第2のウェハーのDkは 2.83であった。第3のウェハーの規格化されたSi H含有量は58%であった。

## 【0030】例2

40 例1に記載した手順を用いて試料ウェハーをH樹脂でコ ーティングした。ウェハーを350℃に加熱し、表1に 記載の環境中で30分間そのままにしておいた。次に温 度を硬化温度までランピングし、さらに30分間その温 度のままにしておいた。結果及び加工条件を表1に示

[0031]

【表1】

ı	•	١	
۹	y	,	

				表 1				
実験	硬化	硬化	実際の	硬化前	硬化後	RI	96	Dk
No.	温度	環境	0:	の厚さ	の厚さ		Sill	
	(℃)		(ppm)	(Å)	(Å)			
1	400	Ar	7	5000	4970	1. 372	76	
2	400	Ar	7	4930	4970	1. 371		2.75
3	400	N z	50	4970	4820	1. 381	58	
4	400	N <sub>2</sub>	50	4920	4740	1. 389		3.16
5	400	N <sub>2</sub>	3	4970	4940	1. 375	76	
6	400	N 2	3	4920	4940	1. 374		2.81
7	425	Ar	1.6	5000	4920	1. 374	71	
8	425	Ar	1.6	4900	4900	1. 375		2.75
9	425	N <sub>2</sub>	3	5010	4920	1. 374	69	
10	425	N <sub>2</sub>	3	4900	4890	1, 375		2, 72
11	425	N ±	52	4990	4710	1. 383	43	
12	425	N:	52	4910	4660	1. 384		3.47
13	450	Λr	0.3	5010	4760	1.386	59	
14	450	۸r	0.3	4900	4740	1. 386		2.88
15	450	N <sub>z</sub>	53	5010	4610	1. 388	35	
16	450	Nz	53	4880	4540	1. 391		3.56
17	450	N z	4	4990	4780	1. 382	58_	
18	450	N <sub>2</sub>	4	4910	4750	1. 383		2.94
19	475	År	1	5130	4690	1. 400	48	
20	475	Ar	1	5020	4590	1. 410		2.96
21	475	N <sub>2</sub>	5	5020	4610	1, 409	44	
22	475	N,	5	5030	4580	1, 409		3. 12
23	475	N <sub>2</sub>	54	5110	4620	1. 390	29	
24	475	N z	54	5010	4550	1. 399		3, 65
25	500	Ár	1	5100	4560	1. 407	39	
26	500	Ar	1	4970	4470	1, 410		3. 20
27	500	N <sub>2</sub>	5	5100	4450	1. 417	37	
28	500	N <sub>2</sub>	5	5020	4490	1. 407		3.20
29	500	N <sub>2</sub>	55	5110	4480	1.408	25	
30	500	N <sub>2</sub>	55	5040	4440	1. 412	<u> </u>	3.58

Å = 0. 1

フロントページの続き

(72)発明者 ヨウファン リウ

アメリカ合衆国, ミシガン 48640, ミッドランド, サマーセット ドライブ 6000